

Cara uji kimia -Bagian 6: Penentuan kadar logam berat merkuri (Hg) pada produk perikanan



© BSN 2006

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Mangala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Prakata.....	i
1 Ruang lingkup	1
2 Istilah dan definisi.....	1
3 Prinsip	1
4 Peralatan	1
5 Pereaksi	2
6 Preparasi contoh.....	3
6.1 produk kering	3
6.2 produk basah	3
7 Prosedur	3
7.1 Produk basah dengan proses pengeringan.....	3
7.2 Tahap digesti	3
7.3 Tahap pembacaan pada AAS.....	4
8 Perhitungan	4
8.1 Produk basah dengan proses pengeringan.....	4
8.2 Produk kering dan produk basah.....	5
9 Pelaporan	5
10 Keamanan dan keselamatan kerja	6
Bibliografi	7

Prakata

Dalam rangka memberikan jaminan mutu dan keamanan pangan terhadap komoditas yang akan dipasarkan di dalam dan luar negeri, maka perlu disusun suatu Standar Nasional Indonesia (SNI) tentang Metode uji yang dapat memenuhi jaminan tersebut.

Standar ini menggantikan SNI 01-2364-1991 Penentuan logam berat Produk perikanan merkuri yang disusun oleh Panitia Teknis 65-05 Produk Perikanan dalam rangka perbaikan setelah lima tahun yang telah dirumuskan melalui rapat konsensus pada tanggal 24 Nopember 2005 di Jakarta. Dihadiri oleh wakil-wakil produsen, konsumen, asosiasi, lembaga penelitian, perguruan tinggi serta instansi terkait sebagai upaya untuk meningkatkan jaminan mutu dan keamanan pangan.

Berkaitan dengan penyusunan Standar Nasional Indonesia ini, maka aturan-aturan yang dijadikan dasar atau pedoman adalah:

- 1 Keputusan Menteri Kelautan dan Perikanan RI. No. KEP. 01/MEN/2002 tentang Sistem Manajemen Mutu Terpadu Hasil Perikanan.
- 2 Keputusan Menteri Kelautan dan Perikanan RI. No. KEP. 06/MEN/2002 tentang Persyaratan dan Tata Cara Pemeriksaan Mutu Hasil Perikanan yang Masuk ke Wilayah Republik Indonesia.
- 3 Keputusan Menteri Kelautan dan Perikanan RI. No. KEP. 21/MEN/2004 tentang Sistem Pengawasan dan Pengendalian Mutu Hasil Perikanan untuk Pasar Uni Eropa.
- 4 Data validasi metode pengujian logam Merkuri pada produk perikanan. Laboratorium Kimia BPPMHP 2005.

Cara uji kimia -Bagian 6: Penentuan kadar logam berat merkuri (Hg) pada produk perikanan

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk menentukan kadar logam berat merkuri pada produk perikanan.

2 Istilah dan definisi

2.1

air deionisasi(air deionisasi)

air yang mempunyai kualifikasi sebagai berikut : total organik karbon lebih kecil dari 3 µg/l, daya resistensinya lebih besar atau sama dengan 18 megaohm-cm

2.2

digesti

proses perombakan jaringan daging dengan bantuan panas dan asam

2.3

gas mulia

gas mulia adalah gas yang tidak bereaksi dengan medium disekelilingnya manusia

2.4

atomisasi

proses pelepasan suatu atom dari suatu senyawa dengan bantuan energi panas

2.5

produk perikanan

ikan termasuk biota perairan lainnya yang ditangani dan/atau diolah untuk dijadikan produk akhir yang berupa ikan segar, ikan beku dan olahan lainnya yang digunakan untuk konsumsi

3 Prinsip pengujian

Unsur merkuri (Hg) dilepaskan dari jaringan contoh melalui tahap digesti dengan menggunakan asam sulfat pekat dan nitrat pekat dengan bantuan pemanas listrik untuk mendapatkan unsur merkuri bermuatan positif (Hg⁺ atau Hg⁺⁺). Penetapan jumlah merkuri dilakukan dengan spektrofotometer serapan atom tanpa nyala (*flameless AAS*) dimana unsur merkuri positif ini selanjutnya direduksi dengan *Natrium borohidrid* menjadi Hg netral dalam bentuk kabut uap merkuri. Kabut uap merkuri didorong oleh gas mulia argon menuju sel penyerapan pada AAS, dan berinteraksi dengan sinar yang berasal dari lampu katoda merkuri (*Hallow Cathode Lamp*). Interaksi tersebut berupa serapan sinar yang besarnya dapat dilihat pada layar monitor AAS. Jumlah serapan sinar sebanding dengan kadar merkuri yang ada dalam contoh.

4 Peralatan

- a) Timbangan analitik ketelitian 0.0001 g
- b) Pipet volumetri 1 ml, 5 ml, 10 ml, 20 ml, 50 ml*
- c) Mikropipet*
- d) Pipet tetes*

- e) Wadah *polystyrene*
- f) Botol *Polypropylene**
- g) Sendok plastik*
- h) Cawan petri ukuran 15 mm x 100 mm*
- i) Pisau*
- j) Alumunium foil
- k) Gelas piala 25 ml, 100 ml dan 250 ml*
- l) Corong gelas*
- m) Penyangga dan statip
- n) Desikator
- o) Pemanas listrik
- p) *Blender / homogenizer*
- q) Oven
- r) *Refrigerator*
- s) Labu alas bulat kapasitas 250 ml dengan pendingin*
- t) Labu takar kapasitas 50 ml, 100 ml, 1000 ml*
- u) Seperangkat alat spektrofotometer serapan atom (*Atomic Absorption Spectrophotometer*) dilengkapi dengan *flameless*

CATATAN* Semua peralatan yang dipergunakan harus terlebih dahulu direndam dalam HNO_3 :air deionisasi (1 : 9) kemudian dibilas dengan air deionisasi

5 Pereaksi

- a) Air deionisasi
- b) Asam klorida (HCl), *fuming* 37%
- c) Larutan HCl 3 % (v/v)
- d) Pipet 30 ml HCl 37 % (pekat) larutkan dalam labu takar 1 L dengan air deionisasi dan tepatkan
- e) *Natrium hidroksida* (NaOH) pellets,
- f) NaOH 0.005% (w/v)
- g) Larutkan 0.05 g NaOH dalam 1 L air deionisasi dan tepatkan
- h) *Natrium borohidrid* (NaBH_4),
- i) NaBH_4 0.02% (w/v) dalam NaOH 0.005% (w/v) (larutan reduktan) :
- j) Larutkan 0.2 g NaBH_4 dalam 1 L NaOH 0.005%. Larutan disiapkan pada saat akan dilakukan analisa.
- k) Asam nitrat (HNO_3) 65%
- l) Asam sulfat (H_2SO_4) 95%-97%
- m) HNO_3 - H_2SO_4 (1+1) 20% (v/v)
- n) Campurkan 100 ml HNO_3 dengan 100 ml H_2SO_4 , encerkan dengan air deionisasi an tepatkan sampai 1 L dan tepatkan
- o) Hidrogen Peroksida (H_2O_2) 30%
- p) Batu didih
- q) Larutan standar Merkuri
 - Larutan standar primer 1000 mg/l
 - Larutan standar sekunder pertama (i) : 10 mg/l
 - Pipet 1 ml dari larutan standar primer 1000 mg/l, masukkan ke dalam labu takar 100 ml dan encerkan dengan larutan HNO_3 - H_2SO_4 (1+1) 20% (v/v)
 - Larutan standar ini dapat disimpan selama 1 bulan di dalam botol *polypropylene* pada *refrigerator*.
 - Larutan standar sekunder kedua (ii) ; 1 mg/l
 - Pipet 5 ml dari larutan standar sekunder pertama (i) masukkan ke dalam labu takar 50 ml dan encerkan dengan larutan HNO_3 - H_2SO_4 (1+1) 20% (v/v). Larutan standar ini dapat disimpan selama 1 bulan di dalam botol *polypropylene* pada *refrigerator*

- Larutan standar sekunder ketiga (iii) : 100 ug/l
- Pipet 5 ml dari larutan standar sekunder kedua (ii) masukkan ke dalam labu takar 50 ml dan encerkan dengan larutan $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4$ (1+1) 20% (v/v). Larutan standar ini dapat disimpan selama 1 minggu di dalam botol *polypropylene* pada *refrigerator*
- Larutan standar kerja (5 ug/l, 10 ug/l, dan 20 ug/l)
- Pipet 5 ml, 10 ml, dan 20 ml dari larutan standar sekunder ketiga (iii), masukkan ke dalam labu takar 100 ml dan encerkan dengan larutan $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4$ (1+1) 20% (v/v).
- Larutan standar kerja ini dibuat ketika akan melakukan analisa.

6 Preparasi contoh

6.1 Produk kering

Lumatkan / haluskan contoh hingga menjadi partikel kecil. Tempatkan contoh dalam wadah *polystyrene* yang bersih dan tertutup. Jika contoh tidak langsung diuji, simpan contoh dalam suhu ruang sampai saatnya untuk dianalisa.

6.2 Produk basah

Lumatkan / haluskan contoh hingga homogen dan tempatkan homogenat dalam wadah *polystyrene* yang bersih dan tertutup. Jika contoh tidak langsung diuji, simpan contoh dalam *freezer* sampai saatnya untuk dianalisa. Pastikan contoh masih tetap homogen sebelum ditimbang. Jika terjadi pemisahan antara cairan dan contoh maka dilakukan pengadukan/blender ulang sebelum dilakukan analisa.

7 Prosedur

7.1 Produk basah dengan proses pengeringan

- Beri label pada cawan petri, tutup separuh permukaan cawan petri dengan alumunium foil untuk mengurangi kontaminasi dari debu selama pengeringan, kemudian masukkan ke dalam oven pada suhu $103^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ selama 2 jam
- Dinginkan cawan petri ke dalam desikator selama 30 menit, timbang dan catat (A)
- Masukkan contoh basah ke dalam cawan petri dan ratakan dengan menggunakan sendok plastik, timbang berat contoh basah dan cawan petri (B)
- Tutup separuh cawan petri dengan alumunium foil dan keringkan dalam oven selama 18 jam pada suhu $103^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$
- Dinginkan contoh ke dalam desikator selama 30 menit, timbang (C) dan tentukan kadar air contoh
- Haluskan contoh kering dan simpan contoh di dalam botol *polypropylene*

7.2 Tahap digesti

- Keringkan labu alas bulat 250 ml dalam oven pada suhu $103^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ selama 2 jam
- Dinginkan labu alas bulat ke dalam desikator selama 30 menit, timbang dan catat
- Timbang produk basah (butir 6.2) sebanyak 5 g atau produk kering (butir 6.1) sebanyak 0,2 g dan catat beratnya (W). Untuk produk basah dengan proses pengeringan (butir 7.1) timbang sebanyak 0.2 g dan catat beratnya (Wd).
- Untuk kontrol positif (*spiked*), tambahkan 0,5 ml larutan standar merkuri 1 mg/l ke dalam contoh sebelum dimasukkan batu didih.
- Tambahkan 3 buah - 5 buah batu didih.

- f) Tambahkan 10 mg - 20 mg V_2O_5
- g) Tambahkan berturut-turut 10 ml HNO_3 65% dan 10 ml H_2SO_4 95% - 97%.
- h) Lakukan pemanasan dengan panas yang rendah sampai mendidih secara perlahan selama kurang lebih 6 menit (untuk mencegah tumpahnya contoh), kemudian pemanasan dilanjutkan dengan panas yang lebih tinggi untuk menghasilkan larutan berwarna coklat kekuningan yang bening (*clearly yellowish brown*). Goyangkan labu selama digesti berlangsung sampai zat padat tidak ada lagi kecuali apungan lemak yang tampak setelah didinginkan pada suhu ruang selama kurang lebih 4 menit.
- i) Bilas pendingin dengan 15 ml air deionisasi. Tambahkan 2 tetes H_2O_2 30% melalui ujung atas pendingin, kemudian bilas pendingin dengan 15 ml air deionisasi.
- j) Dinginkan larutan pada suhu ruang (labu alas bulat dan pendingin harus tetap bersatu).
- k) Angkat labu dari pendingin, bilas leher labu alas bulat dengan air deionisasi. Pindahkan larutan ke dalam labu takar 100 ml kemudian tepatkan dengan air deionisasi.

CATATAN Untuk memperoleh hasil *digesti* yang optimal, produk basah sebaiknya melalui proses pengeringan terlebih dahulu

7.3 Tahap Pembacaan pada AAS

- a) Siapkan larutan standar minimal dengan tiga titik kadar (5 $\mu g/l$, 10 $\mu g/l$ dan 20 $\mu g/l$).
- b) Contoh, *spiked* dan larutan standar kemudian dibaca pada panjang gelombang (λ) 253,7 nm.
- c) Tentukan kadar contoh berdasarkan kurva kalibrasi

8 Perhitungan

8.1 Produk basah dengan proses pengeringan

$$8.1.1 \text{ Kadar air (\%)} = \frac{B - C}{(B-A)} \times 100 \%$$

dengan:

A adalah berat cawan petri kosong (g)

B adalah berat cawan petri + contoh basah (g)

C adalah berat cawan petri + contoh setelah dikeringkan (g)

8.1.2 Mengubah berat contoh kering ke berat basah:

$$Ww = \frac{Wd \times 100 \%}{(100 \% - \text{Kadar air (\%)})}$$

dengan:

Ww adalah berat basah contoh (g)

Wd adalah berat contoh kering (g)

$$(D-E) \times Fp \times V \text{ (ml)} \times \frac{1 \text{ l}}{1000 \text{ ml}}$$

8.1.3 Kadar merkuri $\mu g/g$ =

Ww

dengan:

D adalah konsentrasi contoh $\mu g/l$ dari hasil pembacaan AAS

E adalah kadar blanko contoh $\mu g/l$ dari hasil pembacaan AAS

V adalah volume akhir larutan contoh yang disiapkan (ml)

Fp adalah faktor pengenceran

Ww adalah berat basah contoh (g)

8.2 Produk kering dan produk basah

$$\text{Kadar merkuri } \mu\text{g/g} = \frac{(D-E) \times F_p \times V \text{ (ml)} \times \frac{1 \text{ l}}{1000 \text{ ml}}}{W}$$

dengan :

D adalah kadar contoh $\mu\text{g/l}$ dari hasil pembacaan AAS

E adalah kadar blanko contoh $\mu\text{g/l}$ dari hasil pembacaan AAS

W adalah berat contoh (g)

V adalah volume akhir larutan contoh yang disiapkan (ml)

Fp adalah faktor pengenceran

CATATAN 1 Jika hasil pembacaan kadar contoh dan *spiked* pada AAS lebih tinggi dari kadar larutan standar yang digunakan, maka lakukan pengenceran.

CATATAN 2 $\mu\text{g/g}$ setara dengan mg/kg

9 Pelaporan

- a) Jika diperoleh angka desimal kurang dari 5 (lima) maka pembulatan ke turun, tetapi bila lebih dari 5 (lima) pembulatan naik.

CONTOH :

14,454 dibulatkan menjadi 14,45.

14,466 dibulatkan menjadi 14,47.

- b) Jika diperoleh angka desimal 5 (lima) yang akan dibulatkan dari angka genap yang ada didepannya, maka angka lima tersebut menjadi hilang, tetapi bila angka didepannya ganjil maka pembulatan akan naik.

CONTOH :

14,765 dibulatkan menjadi 14,76.

14,475 dibulatkan menjadi 14,48.

10 Keamanan dan keselamatan kerja

Untuk menjaga keamanan dan keselamatan kerja selama melakukan analisa Hg maka perlu diperhatikan hal-hal sebagai berikut:

- Cuci tangan sebelum dan sesudah melakukan analisa;
- Gunakan jas laboratorium dan masker selama bekerja;
- Pastikan blower lemari asam dan blower AAS berfungsi dengan baik;
- Pastikan aliran gas ditutup kembali setelah selesai analisa;
- Untuk menjaga kesehatan (mengantisipasi toksisitas) analis diperlukan minum susu tiap hari.

Bibliografi

Mercury in Fish. Alternative Flameless Atomic Absorption Spectrophotometric Method 9.2.23. First Action 1977. Final Action 1978. In: 2000. Official Methods of Analysis of Association of Official Analytical Chemistry (AOAC), 17th edition, Volume I. Chapter 9, p.36.







BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id